

## **ВЫБОР ОПТИМАЛЬНОГО СОСТАВА ПРОБ НА ОСНОВЕ ЛИТИЙ-БОРАТНЫХ ФЛЮСОВ ДЛЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА КРАСНОГО ШЛАМА**

Сухоруков А.В.\*, Абрамов А.В., Жиляков А.Ю.

Уральский федеральный университет имени первого Президента России  
Б.Н. Ельцина, г Екатеринбург, Россия.

\*E-mail: [alf93@ya.ru](mailto:alf93@ya.ru)

## **CHOICE OF THE OPTIMAL COMPOSITION OF SAMPLES BASED ON LITHIUM-BORATE FLUXES FOR XRF ANALYSIS OF RED MUD**

Suhorukov A.V.\*, Abramov A.V., Zhilyakov A.Yu.

Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

Sample preparation for XRF analysis of red mud was investigated. Samples were based on lithium-borax fluxes; the effect of flux composition and sample-to-flux ratio on the disk quality was studied. The optimal flux composition is a 1:1 mixture of  $\text{LiBO}_2$  and  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ , and the optimal ratio of the flux to the sample is 1:2 or 1:4.

При определении содержания компонентов в красном шламе методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) необходимые показатели точности можно получить при сплавлении порошковых проб флюсом [1]. В качестве флюса используют тетраборат лития (LiT), метаборат лития (LiM) или их смесь. Согласно [2] кислотные образцы требуют применения щелочного LiM, щелочные образцы – кислотного LiT [2].

Основой красного шлама являются оксиды  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (~ 60 %),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (~ 14 %),  $\text{CaO}$  (~ 10 %),  $\text{SiO}_2$  (~ 8 %). Однозначный вывод о кислотности красного шлама сделать затруднительно. Поэтому в качестве флюса испытаны индивидуальные LiM, LiT и их смеси  $\text{LiM}:\text{LiT}=1:1$ ,  $\text{LiM}:\text{LiT}=1:4$ , первоначальное соотношение пробы (П) к флюсу (Ф) задали как 1 к 7.

Диски на основе чистого LiM получаются хрупкими и растрескиваются при кристаллизации. Стеклообразные диски на основе чистого LiT демонстрируют удовлетворительную прочность. Диски на основе смесей LiT и LiM также хорошо сплавляются с красным шламом.

Далее был произведен выбор оптимального соотношения П к Ф. Для выбранных флюсов приготовлены литий-боратные диски с отношением П:Ф 1:1, 1:2, 1:3, 1:4. С помощью растровой электронной микроскопии установлено, что полное растворение пробы во флюсе достигается при соотношении П:Ф = 1:4. При П:Ф = 1:1 стеклообразные диски растрескиваются на стадии застывания, при визуальной оценке наблюдается неравномерная поверхность диска, наличие включений. Диски П:Ф = 1:2 и 1:3 формовались без растрескивания, но порошок красного шлама растворяется во флюсе не полностью. Увеличение времени

сплавления до 30 мин к увеличению растворения не приводит, можно говорить о насыщении литий-боратных флюсов при данных соотношениях П:Ф.

При этом обнаружено, что проба полностью растворяется только при составе флюса  $\text{LiT}:\text{LiM}=1:1$ , в остальных случаях с увеличением содержания LiT растворимость красного шлама падает. Однако следует отметить, что не растворившийся красный шлак во флюсе равномерно распределяется по всему объему в виде включений размером менее 10 мкм. Однородность распределения подтверждена с помощью растровой электронной микроскопии. Таким образом, даже при отсутствии полного растворения красного шлама во флюсе, можно говорить о гомогенизации пробы и исключении эффектов неоднородности, которые влияют на интенсивность флуоресценции. [3].

В результате исследования выбраны оптимальные соотношения П:Ф = 1:4 (полное растворение) и П:Ф = 1:2 (частичное растворение с высокой гомогенизацией и более высокой интенсивностью сигнала) и флюса  $\text{LiT}:\text{LiM}=1:1$  для подготовки литий-боратных дисков для РФА красного шлама. При выбранных соотношениях реализуется максимально возможное разбавление и достигается наилучшее качество дисков.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России рамках соглашения о предоставлении субсидии от 29.09.2014 г. № 14.581.21.0002 в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы».*

1. Борходоев В.Я., Пенъевский С.Д., Соцкая О.Т., Аналитика и контроль, 17, 141 (2013).
2. Claisse F., Blanchette D.S., Physics and Chemistry of Borate Fusion for X-Ray Fluorescence Spectroscopists, Fernand Claisse Inc (2008).
3. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н., Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа, Химия (1982).